

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-117864

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>C 07 D 213/81  
A 01 N 43/40

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

6971-4C  
D-7215-4H

⑭ 公開 平成1年(1989)5月10日

審査請求 未請求 発明の数 4 (全10頁)

⑮ 発明の名称 置換ニコチン酸誘導体、その製造法およびそれを有効成分とする農  
園芸用殺菌剤

⑯ 特 願 昭62-227674

⑰ 出 願 昭62(1987)9月10日

優先権主張 ⑱ 昭62(1987)7月2日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭62-167528

㉑ 発 明 者 大 住 忠 司 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内㉒ 発 明 者 対 馬 和 礼 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内

㉓ 出 願 人 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉔ 代 理 人 弁理士 諸 石 光 熙 外1名

最終頁に続く

## 明 細 書

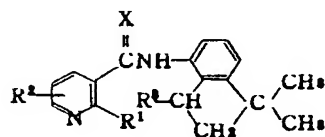
## (2) 一般式

## 1. 発明の名称

置換ニコチン酸誘導体、その製造法およびそ  
れを有効成分とする農園芸用殺菌剤

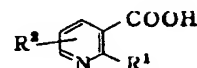
## 2. 特許請求の範囲

## (1) 一般式

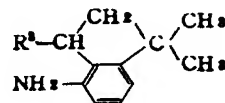


[式中、R¹はメチル基、エチル基、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、メトキシ基またはメチルチオ基を表わし、R²およびR³は同一または相異なり水素原子またはメチル基を表わし、Xは酸素原子または硫黄原子を表わす。]

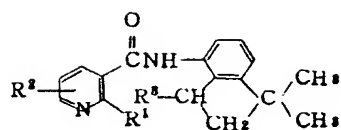
で示される置換ニコチン酸誘導体。



[式中、R¹はメチル基、エチル基、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、メトキシ基またはメチルチオ基を表わし、R²は水素原子またはメチル基を表わす。]  
で示される置換ニコチン酸またはその反応性誘導体と一般式



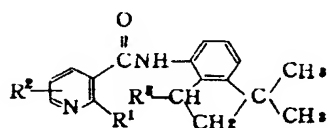
[式中、R¹は水素原子またはメチル基を表わす。]  
で示される置換アミノインダン誘導体とを反応させることを特徴とする一般式



[ 式中、 $R^1$ 、 $R^2$  および  $R^3$  は前記と同じ意味を表わす。 ]

で示される置換ニコチン酸誘導体の製造法。

(8) 一般式



[ 式中、 $R^1$  はメチル基、エチル基、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、メトキシ基またはメチルチオ基を表わし、 $R^2$  および  $R^3$  は同一または相異なり水素原子またはメチル基を表わす。 ]

で示される置換ニコチン酸誘導体をチオノ化反応試薬と反応させることを特徴とする一般式

[ 式中、 $R^1$  はメチル基、エチル基、ハロゲン原子トリフルオロメチル基、ニトロ基、メトキシ基またはメチルチオ基を表わし、 $R^2$  および  $R^3$  は同一または相異なり水素原子またはメチル基を表わし、 $X$  は酸素原子または硫黄原子を表わす。 ]

で示される置換ニコチン酸誘導体を有効成分として含有することとを特徴とする農薬殺菌剤。

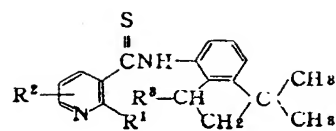
8. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、置換ニコチン酸誘導体、その製造法およびそれを有効成分とする農薬殺菌剤に関する。

<従来の技術>

或る種のカルボン酸アニリド誘導体に殺菌活性が認められることは G. A. Whites ; Pesticide Biochemistry and Physiology 14, 26 (1980) J. L. Huppatz ; Aust. J. Chem., 36 185 (1983)、B. Janks ; Pestic. Sci., 2, 48

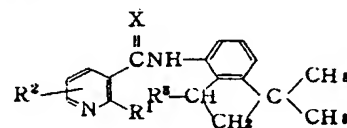


[ 式中、 $R^1$ 、 $R^2$  および  $R^3$  は前記と同じ意味を表わす。 ]

で示される置換ニコチン酸誘導体の製造法。

(4) チオノ化反応試薬が五硫化燐、2,4-ビス(メチルチオ)-1,3,2,4-ジチアジホスフエタン-2,4-ジスルフィドまたは2,4-ビス(p-メトキシフェニル)-1,3,2,4-ジチアジホスフエタン-2,4-ジスルフィドである特許請求の範囲第8項記載の製造法。

(5) 一般式



(1971)、特開昭58-96069号公報、ドイツ特許第2611601-A1号等の文献に記載されている。

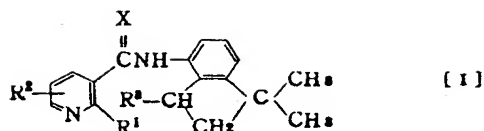
<発明が解決しようとする問題点>

しかしながら、これらの文献に例示されている化合物は効力等の点で不充分であり、必ずしも満足すべきものとは言い難く、かかる欠点の少ない薬剤の開発が望まれている。

<問題点を解決するための手段>

本発明者らは、このような状況に鑑み、優れた殺菌活性を有する化合物を開発すべく種々検討した結果、下記一般式〔I〕で示される置換ニコチン酸誘導体、特にその置換インダニルアミン誘導体が、上述のような欠点の少ない優れた殺菌活性を有することを見出し、本発明に至った。

すなわち、本発明は、一般式



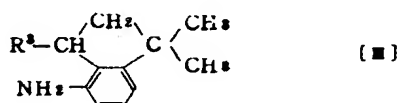
[式中、R¹はメチル基、エチル基、ハロゲン原子、トリフルオロメチル基、ニトロ基、メトキシ基またはメチルチオ基を表わし、R²およびR³は同一または相異なり水素原子またはメチル基を表わし、Xは酸素原子または硫黄原子を表わす。]

で示される置換ニコチン酸誘導体(以下、本発明化合物と称する。)、その製造法およびそれを有効成分として含有する農薬用殺菌剤を提供するものである。

本発明化合物が優れた効力を有する植物病害としては、たとえばイネの紋枯病(Rhizoctonia solani)、疑似紋枯病(Rhizoctonia oryzae, R. solani Ⅲ B型)、ムギ類のさび病(Puccinia striiformis, P. graminis, P. recondita, P. hordei)、腐腐病(Typhula incarnata, T.

わす。]

で示される置換ニコチン酸またはその反応性誘導体と一般式



[式中、R¹は前記と同じ意味を表わす。]

で示される置換アミノインダン誘導体とを反応させることによって製造することができる。

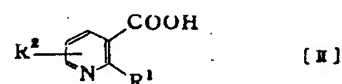
上記反応に於いて、溶媒は必ずしも必要ではないが、用いられる溶媒としては、例えばベンゼン、トルエン、キシレン等の炭化水素類、クロロベンゼン、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素類、ジイソプロピルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、酢酸エチル等のエステル類、アセトニトリル等のニトリル類、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、水等

ishikariensis)、裸黑穂病(Ustilago tritici, V. nuda)、各種作物の立枯病(Rhizoctonia solani)、白絹病(Corticium rolfsii)、ジャガイモ、ビートのリゾクトニア病(Rhizoctonia solani)、ナシの赤星病(Gymnosporangium haraeaeum)、リンゴの黒星病(Venturia inaequaris)、牧草、芝生等の葉腐病(Rhizoctonia solani)、白絹病(Corticium rolfsii)、葉さび病(Uromyces trifolii)、腐腐病(Typhula incarnata, T. ishikariensis)等が挙げられる。

次に本発明化合物の製造法について詳しく説明する。

[製法(a)]

一般式[I]に於いて、Xが酸素原子を表わす化合物は、例えば一般式



[式中、R¹およびR²は前記と同じ意味を表

であり、好ましくは、テトラヒドロフランが挙げられる。

上記反応に用いられる試剤の量は、一般式[II]で示される置換アミノインダン誘導体1当量に対して、一般式[III]で示される置換ニコチン酸またはその反応性誘導体は、0.4~1.5当量、好ましくは、0.5~1.1当量の範囲である。

上記反応温度は任意にとりうるが通常0℃から反応液の還流温度が好ましい。

使用する一般式[III]で示される置換ニコチン酸あるいはその反応性誘導体としては、対応するカルボン酸、酸無水物、酸塩化物、酸臭化物、カルボン酸エステル等をあげることができ、使用する一般式[III]で示される置換ニコチン酸あるいはその反応性誘導体に応じて適当な反応助剤の存在下に反応させることができる。たとえば、カルボン酸を使用する場合には、1-(8-ジメチルアミノプロピル)-8-エチルカルボジイミドメチオダイド、ジシクロヘキシルカルボジイミド、五塩化リン等が使用でき、また

カルボン酸エステルを使用する場合には、水酸化ナトリウム、ナトリウムメチラート、ナトリウムエチラート等が使用できる。さらに酸ハロゲン化物または酸無水物を使用する場合には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トリエチルアミン、N-メチルモルホリン等を使用することができる。

これら反応助剤は通常触媒量から2当量の範囲で使用されるが、好ましくは0.95～1.1当量で反応を行なうことができる。

反応終了後は、反応助剤あるいはその反応生成物をろ過あるいは水洗等により除去し、溶媒を留去すれば目的物である置換ニコチン酸誘導体を得ることができ、ベンゼン、トルエン、メタノール、エタノール、ジイソプロピルエーテル、ヘキサン、クロロホルム等で再結晶することによりさらに精製することもできる。

#### [製法(b)]

一般式[I]に於いて、Xが硫黄原子を表わす化合物は、Xが酸素原子を表わす化合物とチオ

ノ化反応試薬とを反応させることにより製造することができる。

上記反応に用いられるチオノ化反応試薬としては、五硫化磷、2,4-ビス(メチルチオ)-1,8,2,4-ジチアジホスフェタン-2,4-ジスルフィド、2,4-ビス(p-メトキシフェニル)-1,8,2,4-ジチアジホスフェタン-2,4-ジスルフィド等が挙げられる。

上記反応に於いて、反応溶媒は必ずしも必要ではないが、一般的には、溶媒の存在下に行なわれる。

上記反応に用いられる試剤の量は、特に制限されるものではないが、通常、一般式[I]に於いてXが酸素原子を表わす化合物1当量に対しチオノ化反応試薬は、0.5～2.0当量、好ましくは1～1.0当量の範囲である。

上記反応は、溶媒の凝固点から沸点までの任意の温度、好ましくは、0℃から溶媒の沸点までの温度で行なうことができる。

反応終了後の反応液は、濃縮あるいは抽出し、水洗後、必要に応じ再結晶等の操作に付すことにより目的物である置換ニコチン酸誘導体を得ることができる。

本発明化合物を殺菌剤の有効成分として用いる場合は、他の何らの成分も加えずそのまま用いてもよいが、通常は、固体担体、液体担体、界面活性剤その他の製剤用補助剤と混合して、乳剤、水和剤、懸濁剤、粒剤、粉剤、液剤等に製剤して用いる。

これらの製剤には有効成分として本発明化合物を、重量比で0.1～99.9%、好ましくは0.2～80%含有する。

固体担体としては、カオリンクレー、アツパルジャイトクレー、ベントナイト、酸性白土、パイロフィライト、タルク、珪藻土、方解石、トウモロコシ澱粉、クルミ殻粉、尿素、硫酸アンモニウム、合成含水酸化珪素等の微粉末あるいは粒状物があげられ、液体担体としては、キシレン、メチルナフタレン等の芳香族炭化水

素類、イソプロパノール、エチレングリコール、セロソルブ等のアルコール類、アセトン、シクロヘキサノン、イソホロン等のケトン類、大豆油、綿実油等の植物油、ジメチルスルホキシド、アセトニトリル、水等があげられる。

乳化、分散、凝縮等のために用いられる界面活性剤としては、アルキル硫酸エステル塩、アルキル(アリール)スルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリールエーテルりん酸エステル塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物等の陰イオン界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ソルビタン脂肪酸エステル等の非イオン界面活性剤等があげられる。製剤用補助剤としては、リグニンスルホン酸塩、アルギン酸塩、ポリビニルアルコール、アラビアガム、CMC(カルボキシメチルセルロース)、PAP(酸性りん酸イソプロピル)等があげら

れる。

これらの製剤は、希釈せずそのまま、または例えば水で希釈して植物体に直接施用するか、あるいは土壌に施用する。

さらに詳しくは、上記製剤を植物体へ散布または散粉するか、土壌表面へ散布、散粉または散粒するか、あるいは必要に応じてその後さらに土壌と混和するなど種々の形態で使用できる。

また、種子処理剤として用いる場合には、種子粉衣処理、種子浸漬処理等して用いることができる。また、他の殺菌剤と混合して用いることにより、殺菌効力の増強をも期待できる。さらに、殺虫剤、殺ダニ剤、殺線虫剤、除草剤、植物生長調節剤、肥料、土壌改良剤と混合して用いることもできる。

なお、本発明化合物は、水田、畑地、果樹園、牧草地、芝生地等の殺菌剤の有効成分として用いることができる。

本発明化合物を殺菌剤の有効成分として用いる場合、その施用量は、気象条件、製剤形態、

施用時期、方法、場所、対象病害、対象作物等によっても異なるが、通常1アールあたり0.5g～100g、好ましくは、1g～50gであり、乳剤、水和剤、懸濁剤、液剤等を水で希釈して施用する場合、その施用濃度は、0.001%～1%、好ましくは、0.005%～0.5%であり、粒剤、粉剤等は、なんら希釈することなくそのまま施用する。

#### <発明の効果>

本発明化合物は、種々の植物病原菌、特に担子菌類に属する微生物による植物病害に対して卓効を示すことから、殺菌剤の有効成分として種々の用途に用いることができる。

#### <実施例>

以下に、本発明を製造例、製剤例および試験例によりさらに詳しく説明する。

まず、製造例を示す。

#### 製造例1 (化合物1の合成)

1, 1, 8-トリメチル-4-アミノイン  
ダン0.80g (1.7 mmol) およびピリジン

0.28g (8.5 mmol) をテトラヒドロフラン  
10 ml に溶解させ、氷冷下、内温5℃以下で  
撹拌しながら、2-(トリフルオロメチル)  
ニコチン酸クロライド0.86g (1.7 mmol)  
をテトラヒドロフラン8 ml に溶解させた液を  
滴下した。滴下後、室温で一晩撹拌し、次い  
で水および酢酸エチルを加えて抽出した。有  
機層は5%塩酸、水で洗浄した後、無水硫酸  
ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去して得ら  
れた結晶をn-ヘキサンで洗浄、乾燥し、N-  
(1, 1, 8-トリメチル-4-インダニル)-2-(トリフルオロメチル)ニコチン  
酸アミド0.48gを得た。(収率80%)。

#### 製造例2 (化合物4の合成)

2-プロモニコチン酸0.29g (1.42 mmol)  
および1-(8-ジメチルアミノプロピル)  
-8-エチルカルボジイミドメチオダイド  
0.42g (1.42 mmol) を塩化メチレン10 ml  
に溶かし、室温にて1時間撹拌した後、これ  
に1, 1, 8-トリメチル-4-アミノイン

ダン0.25g (1.42 mmol) を加え6時間還  
流下反応させた。次いで反応液に塩化メチレ  
ンおよび水を加え抽出し、有機層を濃縮後カ  
ラムクロマトグラフィー(展開液; n-ヘキ  
サン:酢酸エチル=50:50)で精製する  
ことにより、N-(1, 1, 8-トリメチル  
-4-インダニル)-2-プロモニコチン酸  
アミド0.20gを得た(収率39%)。

#### 製造例3 (化合物5の合成)

2-メチルニコチン酸エチル2.00g  
(12.1 mmol) および1, 1, 8-トリメチ  
ル-4-アミノインダン2.12g (12.1 mmol)  
をジメチルスルホキシド20 ml に溶解させ、  
これに室温にて撹拌下60%油性水素化ナト  
リウム0.49gを添加した。その後、80～  
90℃にて6時間撹拌した後、反応液を氷水  
にあげ酢酸エチルで抽出した。抽出液を水洗  
した後濃縮し、得られた結晶をn-ヘキサン  
で洗浄し、N-(1, 1, 8-トリメチル-  
4-インダニル)-2-メチルニコチン酸ア

ミド 8.0 g を得た。(収率 84%)。

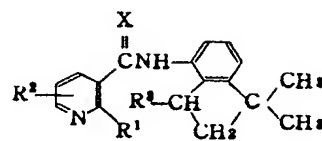
製造例 4 (製法(b)による化合物(28)の合成)

N-(1,1,8-トリメチル-4-インダニル)-2-メチルニコチン酸アミド 0.50 g および五硫化磷 0.18 g とをトルエン 10 ml にとかし還流下 10 時間反応させた。反応後、反応液を濃縮し、残渣をシリカゲルをつめたカラムクロマトグラフィー(展開液:酢酸エチル)により処理し N-(1,1,8-トリメチル-4-インダニル)-2-メチルニコチン酸チオアミド 0.80 g を得た。(収率 57%)。

上記のような製造法によって製造できる本発明化合物のいくつかを第 1 表に示す。

第 1 表

一般式



で示される化合物

化合物番号	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	X	物 性
(1)	CF <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 132.0℃
(2)	Cl	6-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 148.4℃
(3)	Br	H	H	O	mp 118.6℃
(4)	Br	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 132.6℃
(5)	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 128.6℃
(6)	CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 166.6℃
(7)	Cl	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 183.1℃
(8)	CH <sub>3</sub>	H	H	O	mp 185.6℃

化合物番号	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	X	物 性
(9)	CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	H	O	mp 96.5℃
(10)	Cl	H	H	O	ガラス状
(11)	CF <sub>3</sub>	H	H	O	mp 129.7℃
(12)	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>	H	H	O	mp 110.2℃
(13)	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 188.4℃
(14)	CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	H	O	mp 146.6℃
(15)	CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 144.0℃
(16)	CH <sub>3</sub>	4-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	ガラス状
(17)	CH <sub>3</sub>	4-CH <sub>3</sub>	H	O	ガラス状
(18)	NO <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 129.0℃
(19)	SCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 152.5℃
(20)	OCH <sub>3</sub>	H	H	O	mp 119.7℃
(21)	SCH <sub>3</sub>	H	H	O	ガラス状
(22)	OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 111.8℃
(23)	CH <sub>3</sub>	H	H	S	ガラス状
(24)	Cl	H	H	S	mp 198.6℃ (分解)

次に製剤例を示す。なお、本発明化合物は第 1 表の化合物番号で示す。部は重量部である。

製剤例 1

本発明化合物(1)~(24)の各々 50 部、リグニンスルホン酸カルシウム 8 部、ラウリル硫酸ナトリウム 2 部および合成含水酸化珪素 45 部をよく粉砕混合して有効成分 50% の水和剤各々を得る。

製剤例 2

本発明化合物(1)~(24)の各々 10 部、ポリオキシエチレンステリルフェニルエーテル 14 部、ドデシルベンゼンスルホン酸カルシウム 6 部、キシレン 70 部をよく混合して有効成分 10% の乳剤各々を得る。

製剤例 3

本発明化合物(1)~(24)の各々 2 部、合成含水酸化珪素 1 部、リグニンスルホン酸カルシウム 2 部、ベントナイト 80 部およびカオリンクレイ 65 部をよく粉砕混合し、水を加えてよく練り合せた後、造粒乾燥して有効成分

2%の粒剤各々を得る。

#### 製剤例 4

本発明化合物(1)～(24)の各々25部、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート8部、CMC8部、水69部を混合し、粒度が5ミクロン以下になるまで湿式粉碎して有効成分25%の懸濁剤各々を得る。

#### 製剤例 5

本発明化合物(1)～(24)の各々2部、カオリンクレー88部およびタルク10部をよく粉碎混合して有効成分2%の粉剤各々を得る。

#### 製剤例 6

本発明化合物(1)～(24)の各々10部、ポリオキシエチレンステリルフェニルエーテル1部、水89部を混合し、有効成分10%の液剤各々を得る。

次に本発明化合物が殺菌剤の有効成分として有用であることを試験例で示す。なお、本発明化合物は、第1表の化合物番号で示し、比較対照に用いた化合物は第2表の化合物記

号で示す。

第 2 表

化合物記号	化学構造式	備 考
A		市販殺菌剤 メプロニル
B		市販殺菌剤 トリホリン
C		特開昭58- 96069号 公報に記載 の化合物
D		市販殺菌剤 カルボキシ

化合物記号	化学構造式	備 考
E		ドイツ特許 第2611601- A1号に記載 の化合物

また防除効力は、調査時の供試植物の発病状態すなわち葉、茎等の菌叢、病斑の程度を肉眼観察し、菌叢、病斑が全く認められれば「5」、10%程度認めれば「4」、80%程度認めれば「3」、50%程度認めれば「2」、70%程度認めれば「1」、それ以上で化合物を供試していない場合の発病状態と差が認められなければ「0」として、0～5の6段階に評価し、0、1、2、3、4、5で示す。

#### 試験例 1 イネ紋枯病予防効果試験

プラスチックポットに砂壤土を詰め、イネ(近畿83号)を播種し、温室内で60日間育成した。6～7葉が展開したイネの幼苗に、

製剤例2に準じて乳剤にした供試化合物を、水で希釈して所定濃度にし、それを葉面に充分付着するように茎葉散布した。散布4時間後、イネ紋枯病菌の含菌寒天片を貼付接種した。接種後28℃、多湿下で4日間育成し、防除効力を調査した。その結果を第3表に示す。

第 3 表

供試化合物	有効成分施用濃度 (ppm)	防 除 効 力
(1)	50	5
	25	5
(2)	50	5
	25	5
(3)	50	5
	25	5
(4)	50	5
	25	5
(5)	50	5
	25	5

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(6)	50	5
	25	5
(7)	50	5
	25	5
(8)	50	5
	25	5
(9)	50	5
	25	5
(10)	50	5
	25	5
(11)	50	5
	25	5
(12)	50	5
	25	8
(18)	50	5
	25	5
(14)	50	5
	25	8

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(15)	50	5
	25	4
(16)	50	4
	25	2
(17)	50	4
	25	2
(18)	50	5
	25	5
(19)	50	5
	25	5
(20)	50	5
	25	3
(21)	50	5
	25	5
(22)	50	5
	25	4
(28)	50	5
	25	5

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(24)	50	5
	25	5
A	50	8
	25	0
C	50	0
	25	0
E	50	2
	25	0

その結果を第4表に示す。

第4表

供試化合物	有効成分施用量(g/10a)	防除効力
(1)	100	5
(4)	100	5
(6)	100	5
(7)	100	5
A	200	2

#### 試験例2 イネ紋枯病浸透移行効果試験

180cc容のプラスチックポットに砂壤土を詰め、イネ(近畿88号)を播種し、温室内で8週間育成した。6~7葉が展開したイネに、製剤例1に準じて水和剤にした供試化合物を、水で希釈し、その所定量を土壌に灌注後7日間温室内で育成し、イネ紋枯病菌含菌葉天片を貼付接種した。接種後28℃、多湿下で4日間育成し、防除効力を調査した。

#### 試験例3 インゲン白絹病予防効果試験

250cc容プラスチックポットにあらかじめよすま培地で培養した白絹病原菌を砂壤土とよく混合し詰めた。その上にインゲン(大正金時)を播種した。製剤例1に準じて水和剤にした供試化合物を水で希釈し、その所定量を土壌に灌注した。灌注後8週間温室内で育成し、地際部の茎の発病程度により防除効力を調査した。その結果を第5表に示す。



第 5 表

供試化合物	有効成分施用量(g/10a)	防除効力
(1)	200	5
(4)	200	5
(5)	200	5
(7)	200	5
A	500	8

## 試験例 4 コムギ裸黒穂病菌種子処理試験

製剤例 1 に準じて水和剤にした供試化合物を、水で希釈して所定濃度にし、その薬液にコムギ裸黒穂病菌 (*Ustilago tritici*) を接種感染させたコムギ種子 (農林 61 号) を入れ、24 時間浸漬処理した。その後、圃場に播種して栽培し、出穂後に穂の発病状態により防除効力を調査した。その結果を第 6 表に示す。

第 6 表

供試化合物	有効成分施用量(g/100kg種子重量)	防除効力
(1)	60	5
(5)	60	5
D	60	5

## 試験例 5 コムギ赤さび病治療効果試験

プラスチックポットに砂壤土を詰め、コムギ (農林 78 号) を播種し、温室内で 10 日間育成した。第 2~3 葉が展開したコムギの幼苗にコムギ赤さび病菌の胞子を接種した。接種後 23℃多湿下で 1 日育成し、製剤例 2 に準じて乳剤にした供試化合物を、水で希釈して所定濃度にし、それを葉面に充分付着するように茎葉散布した。散布後 23℃照明下で 7 日間育成し、防除効力を調査した。その結果を第 7 表に示す。

第 7 表

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(1)	100	5
	50	5
(4)	100	5
	50	5
(5)	100	5
	50	5
(7)	100	5
	50	5
B	100	8
	50	0

第1頁の続き

⑫発明者 西田 寿美雄 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内  
⑬発明者 中山 浩次 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内  
⑭発明者 前田 清人 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内  
⑮発明者 大石 正 兵庫県宝塚市高司4丁目2番1号 住友化学工業株式会社  
内

手続補正書 (自発)

昭和63年 4月18日

特許庁長官 殿

5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

6. 補正の内容

明細書の第21頁第1表の化合物番号  
(23)のR<sub>1</sub>の欄の「H」を「CH<sub>3</sub>」  
と訂正する。

1. 事件の表示

昭和62年 特許願第227674号

2. 発明の名称

置換ニコチン酸誘導体、その製造法および  
それを有効成分とする農園芸用殺菌剤

以上

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

大阪市東区北浜5丁目15番地

(209) 住友化学工業株式会社

代表者 森 英雄

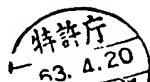
4. 代理人

大阪市東区北浜5丁目15番地

住友化学工業株式会社内

弁理士(8597) 諸 石 光 照

TEL(06)220-3404



(19) Japanese Patent Office (JP)  
 (12) Open patent official report (A)  
 (11) Patent application public presentation  
 Heisei 1-117864 ]  
 (43) Open May 10, Heisei 1 (1989)

(54) The name of invention

The disinfectant for plantation arts which makes an active ingredient a substitution nicotinic acid derivative, its manufacturing process, and it

(21) Japanese Patent Application Showa 62-227674  
 (22) application Showa -- 62 (1987) September 10

(72) Inventor  
 Tadashi Osumi  
 (72) Inventor  
 Kazuhiro Tsushima  
 (71) Applicant  
 Sumitomo Chemical Co., Ltd.

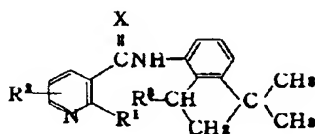
Specification 1

The name of invention

The agricultural and horticultural fungicide which makes an active ingredient substitution nicotine acid derivative, its manufacturing process, and it

2. Claim

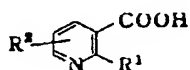
(1) General formula



The inside of [type and R1 are methyl groups,  
 Ethyl group,  
 Halogen atom,  
 trifluoromethyl group,  
 Nitroglycerine group,  
 expressing a methoxy group or a methylthio group, R2 and R1 are the same -- or it is different from  
 each other, a hydrogen atom or methyl group is expressed, and X expresses an oxygen atom or a  
 sulfur atom. ]

The substitution nicotinic acid derivative come out of and shown.

(2) General formula



The inside of [type and R1 are methyl groups,

ether group,

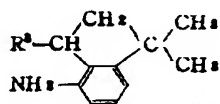
Halogen atom,

trifluoro methyl group,

Nitroglycerine group,

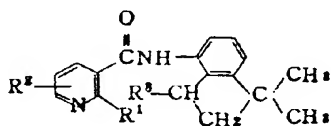
Expressing a methoxy group or a methylthio group, R2 expresses a hydrogen atom or a methyl group.]

The substitution nicotineacid come out of and shown or its reactant intestines conductor, and a general formula



R2 expresses a hydrogen atom or a methyl group among [type.

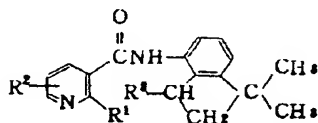
The general formula characterized by coming out and making the substitution amino indan derivative shown react



[-- R1, R2, and R3 express the same meaning as the above among a formula.]

The manufacturing process of the substitution nicotine guidance conductor come out of and shown.

(8) General formula



The inside of [type and R1 are a methyl group,

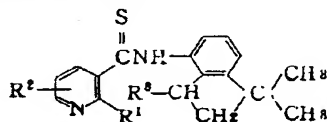
Ethyl group,

Halogen atom,

trifluoro methyl group,

expressing a nitrolycerine group, a methoxy group, or a methylthio group, R2 and R3 are the same -- or it is different from each other and a hydrogen atom or a methyl group is expressed.]

The general formula characterized by coming out and making the substitution nicotinic acid derivative shown react with a THIONO-ized reaction reagent



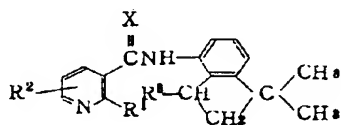
[-- R1, R2, and R3 express the same meaning as the above among a formula.]

The manufacturing process of the substitution nicotinic acid derivative come out of and shown.

(4) THIONO-ized reaction reagents are five sulfuration.

The manufacturing process given in the 8th clause of a claim which is 2,4- bis (methylthio) -1-a-2-4- dithiadiphosphetane -2,4- disulfide or 2, 4- bis (p- methoxyphenyl) -1.3, 2.4- dithiadiphosphetane -2, and 4- disulfide.

(5) General formula



The inside of [type and R1 are a methyl group,

Ethyl group,

Halogen atom trifluoromethyl group,

Nitrolycerine group,

expressing a methoxy group or a methylthio group, R1 and R2 are the same -- or it is different from each other, a hydrogen atom or a methyl group is expressed, and X expresses a oxygen atom or a sulfur atom. ]

The disinfectant for plantation arts characterized by coming out and containing the substitution nicotinic acid derivative shown as an active ingredient.

## 8. Detailed Explanation of Invention

<Field of the Invention>

This invention relates to the disinfectant for plantation arts which makes an active ingredient a substitution nicotinic acid derivative, its manufacturing process, and it.

<The conventional technology>

sterilization activity is accepted in the carboxylic acid anilide derivative of a certain ear -- G.A.-Whites;PesticideBiochemistryandPhysiology14.26(1980) J.L.Huppertz;Aust.J.Chem., 86185 (1983), a B.Janks;Pestic.Sci. 2, 48 (1971), and Provisional-Publication-No. 58-No. 96069 official report, and the German patent 2611601st -- report 2 is taken for reference, such as -A1 No.

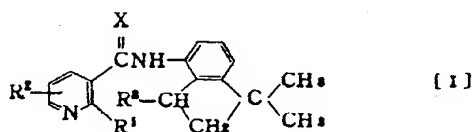
<The problem which invention tends to solve>

however, it is inadequate in respect of effect etc., hard to be called what should not necessarily be carried out satisfactory, and development of a medicine with few these faults is desired, and the compound illustrated by these articles comes out and is.

<The means for solving a problem>

The substitution indanylamine derivative found out especially having the substitution nicotinic acid derivative shown by the following general formula [I], and little outstanding sterilization activity of the above faults, and these inventors resulted in this invention, as a result of examining many things that the compound which has conducted and the outstanding sterilization activity in such a situation should be developed.

That is, this invention is a general formula.



Inside of [type,

R1 is a methyl group,

ether group,

Halogen atom,

trifluoromethyl group,

Nitroglycerine group,

A methoxy group or a methylthio group is expressed, that R2 and R3 are the same, the hydrogen atom which is different from each other, or a methyl group is expressed, and X expresses an oxygen atom or a sulfur atom.]

The disinfectant for plantation arts which comes out and contains the substitution nicotinic acid derivative (this invention compound is called hereafter.) shown, its manufacturing process, and it as an active ingredient is offered.

As plant disease s which has an effect excellent in this invention compound, it is sheath blight disease (Rhizoctoniasolani) of a rice, for example,

False sheath blight disease (Rhizoctoniaoryzae.R.solanimB type})

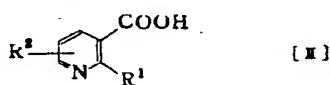
The rust disease of wheat (pucciniaBtriiiformis, P.graminis, P.recondita, P.hordei), snow mould (Typhulaincarrata, T.ishikariensis),

Nakedness smut (*Ustilago tritici*, *V. nuda*),  
 drooping disease of various crops (*Rhizoctonia solani*),  
 Southern blight (*Corticium rolfsii*),  
 Potato,  
 The RIZOKUTONIA disease of a beat (*Rhizoctonia solani*),  
 The morning star disease of a pear (*Gymnosporangium haraeum*),  
 The failure disease of an apple (*Venturia inaequalis*),  
 Grass,  
 large patch, such as grass (*Rhizoctonia solani*),  
 Southern blight (*Corticium rolfsii*),  
 Leaf rust disease (*Uromyces trifolii*),  
 snow mould (*Typhula incarnata*, *T. ishikariensis*)  
 etc is mentioned.

Next, the manufacturing process of this invention compound is explained in detail.

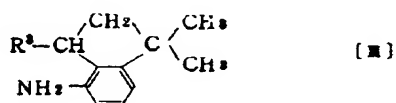
[Process (a)]

compound to which x expresses an oxygen atom in a general formula [I] is a general formula.



[-- the same meaning as R1 and R2 is the same as it is expressed among a formula.]

The substitution nicotinic acid come out of and shown or its reactant derivative, and a general formula



[-- R3 expresses the same meaning as the above among a formula.]

It can manufacture by coming out and making the substitution amino in out derivative shown react.

As a solvent used in the above-mentioned reaction although a solvent is not necessarily required, it is benzene, for example,

Toluene,

Hydrocarbon, such as xylene

chlorobenzene,

Chlorination methylene,

Chloroform,

Halogenated hydrocarbon, such as a carbon tetrachloride

diisopropyl ether,

Tetrahydrofuran ,

Ether, such as DIOXANE

Acetone,

Ketone, such as methyl ethyl ketone

Ester, such as ethyl acetate

Nitril, such as acetonitrile

Dimethyl sulfoxide,

It is Dimethylformamide, water, etc. and, for preferably, a tetrahydrofuran is mentioned.

The range of the substitution nicotinic acid shown by the one-step formula [-] to 1Eq of substitution amino in out derivatives in which the quantity of the trial agent used for the above-mentioned reaction is shown by the one-step formula (m), or 0.4-1.6Eq of its reactant intestines conductor is 0.5-1.1Eq preferably.

Although the above-mentioned reaction temperature can be taken arbitrarily, its flowing-back temperature of 0DEGC to reaction liquid is usually desirable.

As the substitution nicotinic acid shown by the general formula [-] to be used, or its reaction derivative, it is corresponding carboxylic acid,

Acid anhydride,

Acid chloride,

Acid bromide,

Carboxylic acid ether etc. can be raised and it can be made to react under existence of a suitable reaction auxiliary agent according to the substitution nicotinic acid shown by the general formula (-) to be used, or its reactant derivative.

For example, when using carboxylic acid, it is 1-(8- dimethylamino propyl) -a- ethyl

carbodiimidemethiodide,

dicyclohexylcarbodiimide,

5 chlorination Lynn etc. can be used,

Moreover, when using carboxylate ester, it is,

Sodium hydride,

Sodium methylate,

Sodium ethylate etc. can be used.

Furthermore, when using acid halide or an acid anhydride, it is,

Sodium hydroxide, water oxidization potassium,

Triethyl amine,

N- methylmorpholine etc. can be used.

Although these reaction auxiliary agent is usually used in 2Eq from the amount of catalysts, it can react on a 0.95-1.1 this tray preferably.

If after a reaction end removes reaction assistant agent or its reaction product by filtration or washing a solvent, the substitution nicotinic acid derivative which is an object can be obtained,

Benzene,

Toluene,



Methanol,  
 Ethanol,  
 diisopropyl ether,  
 hexane,  
 It can also refine further by re-crystallizing under chloroform etc.

[Process (b)]

In a general formula [-], the compound with which x expresses a sulfur atom can be manufactured by making the compound and THIONO-ized reaction reagent with which X expresses an oxygen atom react.

As the THIONO-ized reaction reagent used for the above-mentioned reaction,  
 5 sulfuration next door,  
 2, 4- bis (methylthio) -1.8.2.4- dithiadiphosphetane -2.4- disulfide,  
 2, 4- bis (p- methoxyphenyl) -1.8.2.4- dithiadiphosphetane -2.4- disulfide etc. is mentioned.)

In the above-mentioned reaction, although a reaction route is not necessarily required, generally it is carried out to the bottom of existence of a solvent.

Although the quantity in particular of the trial agent used for the above-mentioned reaction is not restricted, the range of 0.5-20Eq of THIONO-ized reaction reagents is 1-10Eq preferably to 1Eq of compounds with which general formula [I] sets and x usually expresses an oxygen atom.

the temperature from the coagulating point of a solvent to boiling point with the above-mentioned arbitrary reaction -- it can carry out at the temperature from 0DEGC to boiling point of solvent preferably.

The reaction liquid after a reaction end can be condensed or extracted, and the substitution nicotinic acid derivative which is an object can be obtained by giving operation of a re-crystal etc. if needed after a flush.

When using this invention compound as an active ingredient of a disinfectant, any ingredients of other may not be added but you may use as it is, but it is usual,

Solid carrier,

Liquid carrier,

It mixes with the auxiliary agent for a tablet of a surface-active agent and others,

Emulsion,

water-dissolve powder agent,

Suspension,

Grain agent,

Powder agent,

It manufactures medicine and uses for liquid medicine etc.

In these tablets, this invention compound is preferably contained 2-80% 0.1-99.9% by a bulk density as an active ingredient.

As a solid carrier,  
Kaolin clay,  
ATTABARUJAITO clay,  
bentonite,  
acid clay,  
Pyrophyllite,  
Talc,  
Diatomite,  
Calcite,  
Corn corncob powder,  
Walnut shell powder,  
Urea,  
Ammonium sulfate,  
Fine powder or granular things, such as synthetic water oxidization silicon, are raised, and it is a liquid carrier,  
Xylene,  
Aromatic hydrocarbon, such as methylnaphthalene  
isopropanol,  
ethyleneglycol,  
Alcohol, such as cellosolve  
Acetone,  
Cyclo hexanone,  
Ketone, such as isophorone  
Soybean oil,  
Plant oil, such as cottonseed cake oil,  
Dimethyl sulfoxide,  
acetonitril,  
Water etc. is raised.

As a surface-active agent used for emulsification, distribution, a moist exhibition, etc., it is alkyl sulfate ester salt,  
alkyl (aryl) sulfonic acid salt,  
dialkylsulfosuccinate,  
polyoxyethylenealkylarylether phosphoric acid ester salt,  
Anionic surfactants, such as naphthalene sulfonic acid formalin condensation,  
polyoxy ethylene alkyl ether,  
polyoxy ethylene polyoxy propylene block copolymer,  
sorbitan fatty acid ester,  
Non-ion surface-active agents, such as poly oxy ethylene sorbitan fatty acid ester, etc. are raised.

as the auxiliary agent for a tablet -- lignin -- sulfonic acid,  
Alginic acid salt,  
polyvinyl alcohol,  
Gum arabic,  
CMC (carboxymethyl cellulose),

PAP (acid phosphoric acid iso propyl) etc. is raised.

These tablets do not dilute, but are diluted with water as it is or, for example, and the object for direct use is carried out to a plant object, or the object for use is carried out to soil.

Furthermore, in detail, the above-mentioned tablet is sprinkled to a plant object, or it sprinkles, dispersing powder or dispersing granule to the soil surface, or can be used with various forms, such as mixing with soil further after that if needed.

Moreover, when using as a seed processing agent, seed dressing method, seed churning processing, etc. can be carried out, and it can use.

Moreover, reinforcement of sterilization effect is also expectable by mixing with other disinfectants and using.

Further,  
Insecticide,  
miticide agent,  
nematicidal agent,  
Weed killer,  
Vegetable growth regulation agent,  
Manure,  
It can mix with a soil improvement agent and can use.

In addition, this invention compound can be used as an active ingredient of disinfectants, such as a paddy field, agricultural field, an orchard, a pasture, and a grass ground.

Although the use amount changes with weather conditions, a tablet form, the time for use, a method, a place, object disease, object crops, etc. when using this invention compound as an active ingredient of a disinfectant Per a., 00 g 0.5 g-l usually, preferably It is 1g - 50g, and when an emulsion, a water-dissolve powder agent, a suspension agent, liquid medicine, etc. are diluted with water and carry out the object for use, the concentration for use is 0.005% - 0.5% preferably 0.001% - 1%, and the object for use of a grain agent, the powder agent, etc. is carried out as it is, without diluting in any way.

Effect [ of < invention ]>

Since this invention compound shows the single effect to plant disease by various plant pathogens, especially the microbe belonging to Basidiomycota, it can be used for various uses as an active ingredient of a disinfectant.

<Case of the operation>

Below, the example of manufacture, the example of a tablet, and the example of an examination explain this invention in more detail.

First, the example of manufacture is shown.

The example 1 (composition of a compound 1) of manufacture

1, 1, and 8- trimethyl -4- amino in out 0.80g (1.7mmol) and pyridine 0.28, and (8.5mmol) were dissolved in tetrahydrofuran 10ml, and solution which dissolved 2- (trifluoromethyl) nicotinic acid chloride 0.86g (1.7mmol) in tetrahydrofuran 8ml was dropped under ice cold, agitating by 5 or less DEGC of inner moist.

It agitated at room temperature after dropping overnight, and, subsequently water and ethyl acetate were added and extracted.

After chloride and water washed the organic layer 5%, it was dried with anhydrous sodium sulfate.

The crystal obtained by distil away(ing) a solvent is washed by n- hexane, and it dries, and is N-(1.1.8- trimethyl -4- indanyl) -2- (0.48g of trifluoromethyl) nicotinic acid amide was obtained.).

(80% of yield) .

The example 2 (composition of a compound 4) of manufacture

It melts to 0.29g (1.42mmol) of 2- bromo nicotinic acid, and 1-(8- dimethylamino propyl) -8- ethyl carbodiimidemethiodide 0.42g (1.42mmol) chlorination methylene 10ml.

Subsequently, 0.20g of N-(1, 1, 8- trimethyl -4- indanyl) -2- bromo nicotinic acid amide was obtained by adding and extracting chlorination methylene and water in reaction liquid, and refining by column chromatography <expansion solution;n- hexane:ethyl acetate =50;50 after condensing an organic layer.

(39% of yield) .

The example 3 (composition of a compound 5) of manufacture

2- methyl nicotine acid ethyl 2.00g (12.1mmol) and out 1.1.3- trimethyl -4- amino in -- 2.12g (12.1mmol) was dissolved in Dimethyl sulfoxide 20ml, and oily hydrogenation sodium 0.49g was added bottom 60% of churning at room temperature to this.

Then, after agitating in 80-90DEGC for 6 hours, it is in iced water and ethyl acetate extracted reaction liquid.

It condensed, after washing extraction liquid, and the obtained crystal was washed by n- hexane, and 3.0g of N-(1.1.3- trimethyl -4- indanyl) -2- methyl nicotinic acid amide was obtained.

(84% of yield) .

The example 4 (composition of the compound (28) by the process (b)) of manufacture

N-(1,1,8- trimethyl -4- indanyl) -2- methyl nicotinic acid amide 0.50g and 0.18g of 5 sulfuration phosphorus were melted to toluene 10ml, and it was made to react under flowing back for 10 hours.

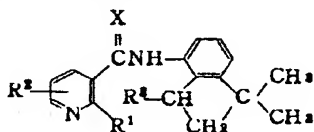
Reaction liquid was condensed after the reaction, the residual substance was processed by the column chromatography (deployment liquid; acetic acid ether) which packed silica gel, and N-(1, 1, 8- trimethyl -4- indanyl) -2- methyl nicotinic acid thioamide 0.80g was obtained.

(57% of yield) .

Some of these invention compounds which can be manufactured according to the above manufacturing processes are shown in the 1st table.

1st Table

General formula



The compound come out of and shown

化合物番号	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	X	物 性
(1)	CF <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 132.0℃
(2)	Cl	6-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 148.4℃
(3)	Br	H	H	O	mp 118.6℃
(4)	Br	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 132.6℃
(5)	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 128.6℃
(6)	CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 166.6℃
(7)	Cl	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 183.1℃
(8)	CH <sub>3</sub>	H	H	O	mp 185.6℃

化合物番号	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	X	物 性
(9)	CH <sub>3</sub>	6-CH <sub>3</sub>	H	O	mp 96.5°C
(10)	Cl	H	H	O	ガラス状
(11)	CF <sub>3</sub>	H	H	O	mp 129.7°C
(12)	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>	H	H	O	mp 110.2°C
(13)	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 138.4°C
(14)	CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	H	O	mp 146.6°C
(15)	CH <sub>3</sub>	5-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	mp 144.0°C
(16)	CH <sub>3</sub>	4-CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	O	ガラス状
(17)	CH <sub>3</sub>	4-CH <sub>3</sub>	H	O	ガラス状
(18)	NO <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 129.0°C
(19)	SCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 152.5°C
(20)	OCH <sub>3</sub>	H	H	O	mp 119.7°C
(21)	SCH <sub>3</sub>	H	H	O	ガラス状
(22)	OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	O	mp 111.8°C
(23)	CH <sub>3</sub>	H	H	S	ガラス状
(24)	Cl	H	H	S	mp 198.6°C (分解)

Next, the example of a tablet is shown.

In addition, the compound number of the 1st table shows this invention compound.

A part is weight part.

The example 1 of a tablet

pulverization mixture is improved each 50 part of this invention compound (1) - (24), lignin-sulfonic-acid calcium 8 part, sodium-lauryl-sulfate 2 part, and synthetic meeting water oxidization silicon 45 part, and the water-dissolve powder agents of each of 50% of active ingredients are obtained.

The example 2 of a tablet

each 10 part of this invention compound (1) - (24), polyoxy ethylene stylyphenyl 14 part, dodecylbenzene sulfonic acid calcium 6 part, and xylene 70 part are often mixed, and the emulsions of each of 10% of active ingredients are obtained.

The example B of a tablet

This invention compound (1) After [ - (24) ] improving two parts, synthetic hydroxy silicon 1 part, lignin-sulfonic-acid calcium 2 part, vent night 30 part, and kaolin clay 65 part respectively

pulverization mixture, adding water and kneading together, granulation dryness is carried out and that of 2% of active compound is obtained for the grain agents of each.

The example 4 of a tablet

wet pulverization is carried out and the suspension agents of each of 25% of active ingredients are obtained until it mixes each 25 part of this invention compound (1) - (24), poly oxy ethylene sorbitan monooleate 8 part, CMC8 part, and water 69 part and a particle size becomes 5 microns or less.

The example 5 of a tablet

pulverization mixture is improved each 2 part of this invention compound (1) - (24), kaolin clay 88 part, and talc 10 part, and the powder agents of each of 2% of active ingredients are obtained.

The example 6 of a tablet

ten copies of each of this invention compound (1) - (24), the polyoxy ethylene styl phenyl ether 1 section, and 89 copies of water are mixed, and the liquid medicine of each of 10% of an active ingredient is obtained.

Next, the example of an examination shows that this invention compound is useful as an active ingredient of a disinfectant.

In addition, the compound number of the 1st table shows this invention compound, and the account of a compound of the 2nd table shows the compound used for comparison contrast.

2nd Table

化合物記号	化学構造式	備考
A		市販殺菌剤 メプロニル
B		市販殺菌剤 トリホリン
C		特開昭58- 96069号 公報に記載 の化合物
D		市販殺菌剤 カルボキシ

化合物記号	化学構造式	備 考
E		ドイツ特許 第2611601- A 1号に記 載の化合物

Prevention-of-the-breeding-and-extermination effect Moreover, bacilli, such as an onset-of-a-disease state of the test plant at the time of investigation, i.e., a leaf, and a stalk,

test example 1 rice sheath blight disease preventive effect test

sand soil was put in the plastic pot, the rice (Kinki No. 83) was plant(ed), and it raised for 60 days in the greenhouse.

The test compound used as the emulsion at the seedling of the rice which 6-7 leaf developed according to the example 2 of a tablet was diluted with water, and was made into predetermined concentration, and stems and leaves spraying of it was carried out so that it might adhere to surface of leaves enough.

Pasting inoculation of the piece of containing fungus agar of rice rhizoctonia solani was carried out 4 hours after spraying.



It raised for four days after [ inoculation ] 28DEGC, and under humid, and prevention-of-the-breeding-and-extermination effect was investigated.

The result is shown in the 8th table.

8th Table

供試化合物	有効成分施用濃度 ( ppm )	防 除 効 力
(1)	5 0	5
	2 5	5
(2)	5 0	5
	2 5	5
(3)	5 0	5
	2 5	5
(4)	5 0	5
	2 5	5
(5)	5 0	5
	2 5	5

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(6)	50	5
	25	5
(7)	50	5
	25	5
(8)	50	5
	25	5
(9)	50	5
	25	5
(10)	50	5
	25	5
(11)	50	5
	25	5
(12)	50	5
	25	8
(13)	50	5
	2.5	5
(14)	50	5
	25	8

供試化合物	有効成分施用濃度 (ppm)	防除効力
(15)	5 0	5
	2 5	4
(16)	5 0	4
	2 5	2
(17)	5 0	4
	2 5	2
(18)	5 0	5
	2 5	5
(19)	5 0	5
	2 5	5
(20)	5 0	5
	2 5	3
(21)	5 0	5
	2 5	5
(22)	5 0	5
	2 5	4
(23)	5 0	5
	2 5	5

供試化合物	有効成分施用濃度 (ppm)	防除効力
(24)	5 0	5
	2 5	5
A	5 0	8
	2 5	0
C	5 0	0
	2 5	0
E	5 0	2
	2 5	0

The example of examination 2 rice sheath blight disease osmosis shift effect examination

Sand loam was put in the plastic pot of 180ml solution, sowing of the rice (Kinki No. 88) was carried out, and it raised for eight weeks in the greenhouse.

The test compound made into the rice which 6-7 leaf developed at the water-dissolve powder agent according to the example 1 of a tablet was diluted with water, the predetermined quantity was raised in the greenhouse for after [ poured ] seven days in soil, and pasting inoculation of the piece of rice sheath blight disease fungus containing fungus agar was carried out.

It raised for four days after [ inoculation ] 28DEGC, and under humid, and prevention-of-the-breeding-and-extermination effect was investigated.

The result is shown in the 4th table.

4th Table

供試化合物	有効成分施用量 (g/10a)	防除効力
(1)	100	5
(4)	100	5
(5)	100	5
(7)	100	5
A	200	2

Example of examination 8 kidney-bean white disease preventive effect examination

The white silk disease germ cultivated by culture media beforehand attached to 250ml solution plastic pot was often mixed with sand soil.

It is a kidney bean (sowing of Taisho sweet potato> was carried out.) on it.

The test compound used as wettable powder according to the example 1 of a tablet was diluted with water, and the predetermined quantity was poured(ed) in soil.

It raised in the after [ poured ] eight-week greenhouse, and prevention-of-the-breeding-and-extermination effect was investigated according to the onset-of-a-disease grade of the stalk of soil.

The result is shown in the 5th table.

6th Table

供試化合物	有効成分施用量 (g/10a)	防除効力
(1)	200	5
(4)	200	5
(5)	200	5
(7)	200	5
A	500	8

Example of examination 4 wheat nakedness smut seed processing examination

The wheat seed which diluted with water the test compound used as wettable powder according to the example 1 of a tablet, made it predetermined concentration, and made the medical fluid carry

out inoculation infection of the wheat loose smut bacillus (*Ustilago tritici*) (immersion discard of agriculture-and-forestry No. 61} was put in and carried out for 24 hours.)

Then, it plant(ed) and grew at the garden place and prevention-of-the-breeding-and-extermination effect was investigated according to the onset-of-a-disease state of an ear after earing up.

The result is shown in the 6th table.

5th Table

供試化合物	有効成分施用量( g/100kg種子重量)	防除効力
(1)	60	5
(5)	60	5
D	60	5

Example of examination 5 wheat rust disease curative effect examination

Sand loam is put in a plus CHIFUKU pot, and it is wheat (sowing of agriculture-and-forestry No. 78} was carried out, and it raised for ten days in the greenhouse.).

The spore of wheat rust disease was inoculated into the seedling of wheat which the 2-3rd leaves developed.

it will raise under after [ inoculation ] 28DEGC humid for one day, and the test compound used as the emulsion according to the example 2 of a tablet is diluted with water, is made into predetermined concentration, and enough for surface of leaves in it -- stems and leaves adhesion was carried out so that a with bay might be carried out.

It raised for seven days under after dispersing 23DEGC lighting, and prevention-of-the-breeding-and-extermination effect was investigated.

The result is shown in the 7th table.

7th Table

供試化合物	有効成分施用濃度(ppm)	防除効力
(1)	100	5
	50	5
(4)	100	5
	50	5
(5)	100	5
	50	5
(7)	100	5
	50	5
B	100	8
	50	0

A page [ 1st ] continuation

(72) Inventor  
Sumio Yougoku  
(72) Inventor  
Koji Nakayama  
(72) Inventor  
Kiyoto Maeda  
(72) Inventor  
Tadashi Oishi

procedure revision (spontaneity)

April 18, Showa 63

The Director-General of the Patent Office

1. Display of an incident  
Showa 62 patent mausoleum No. 227674

2. Noted Product of Invention  
The disinfectant for plantation arts which makes an active ingredient a substitution nicotinic acid derivative, its manufacturing process, and it

3. Those Who Rectify  
A related applicant for a patent with an incident  
Osaka Higashi-ku Kitahama 15th Sumitomo Chemical Co., Ltd. 5-chome (209)  
Representative woods hero

4. Representative  
15, Kitahama 5-chome, Higashi-ku, Osaka-shi  
Inside of Sumitomo Chemical Co., Ltd.  
Patent attorney (8597) Moroishi call (06) 220-3404

5. Object of Compensation

The column of detailed explanation of invention of a specification

6. Contents of Compensation

The compound number of the 21st page 1st table of a specification

"H" of of R3 of (23) is corrected with "CH3."

